

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08083713 A**

(43) Date of publication of application: **26 . 03 . 96**

(51) Int. Cl

H01F 10/14

H01F 41/18

(21) Application number: **06216270**

(22) Date of filing: **09 . 09 . 94**

(71) Applicant: **MITSUBISHI ELECTRIC CORP**

(72) Inventor:
ARAKI TAKESHI
TANI YOSHIHIRO
IKEDA HIDEO
OKABE MASASHI

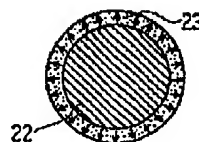
(54) **THIN FILM MAGNET, MANUFACTURE THEREOF
AND CYLINDRICAL FERROMAGNETIC THIN
FILM**

COPYRIGHT: (C)1996,JPO

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain a thin film magnet having high maximum energy product for accomplishment of microminaturization and high efficiency of the device, and to obtain a cylindrical ferromagnetic thin film having radial anisotropic property.

CONSTITUTION: This thin film magnet is manufactured by a physical vapor deposition method, it has an $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ferromagnetic compound as the main phase, and it has the composition of $(\text{Nd}_{1-x}\text{R}_x)_y\text{M}_{1-y-z}\text{B}_z$ alloy (R indicates at least one or more kinds selected from Tb, Ho and Dy, M indicates Fe metal or an Fe radical alloy containing at least one or more kinds of Co and Ni) in the range of $0.04 \leq x \leq 0.10$, $0.11 \leq y \leq 0.15$, $0.08 \leq z \leq 0.15$. Also, a vertically magnetized film 23 of the above-mentioned composition is formed on the side face of a columnar (or cylindrical) substrate 22. As a result, maximum energy product of 120kJ/m^3 or higher can be obtained by the thin film magnet, and a cylindrical ferromagnetic thin film has radial anisotropy.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-83713

(43) 公開日 平成8年(1996) 3月26日

(51) Int.Cl.⁴

H 0 1 F 10/14
41/18

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 18 頁)

(21) 出願番号

特願平6-216270

(22) 出願日

平成6年(1994) 9月9日

(71) 出願人 000006013

三菱電機株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目2番3号

(72) 発明者 荒木 健

尼崎市塚口本町八丁目1番1号 三菱電機
株式会社材料デバイス研究所内

(72) 発明者 谷 良浩

尼崎市塚口本町八丁目1番1号 三菱電機
株式会社材料デバイス研究所内

(72) 発明者 池田 英男

尼崎市塚口本町八丁目1番1号 三菱電機
株式会社材料デバイス研究所内

(74) 代理人 弁理士 曾我 道照 (外6名)

最終頁に続く

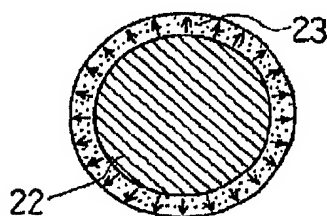
(54) 【発明の名称】 薄膜磁石およびその製造方法ならびに円筒形強磁性薄膜

(57) 【要約】

【目的】 デバイスの超小型化、高性能化のため最大エネルギー積の高い薄膜磁石、およびラジアル異方性を有する円筒形強磁性薄膜を得ることを目的とする。

【構成】 物理蒸着法によって作製され、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型の強磁性化合物を主相とし、膜厚方向に強い磁気異方性を有する $(\text{Nd}_{1-x}\text{R}_x)_y\text{M}_{1-y-z}\text{B}_z$ 合金 (RはTb、Ho、Dyより選ばれる少なくとも1種以上、MはFe金属、または、Co、Niより選ばれる少なくとも1種以上含むFe基合金) の組成を $0.04 \leq x \leq 0.10$ 、 $0.11 \leq y \leq 0.15$ 、 $0.08 \leq z \leq 0.15$ の範囲とした薄膜磁石である。また、この組成の垂直磁化膜23を円柱(または円筒)基板22の側面に成膜する。

【効果】 薄膜磁石は 120 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積が得られ、円筒形強磁性薄膜はラジアル異方性を有する。



22 : 円柱基板

23 : 垂直磁化膜

【特許請求の範囲】

【請求項1】 物理蒸着法により作製され、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型の強磁性化合物を主相とする $(\text{Nd}_{1-x}\text{R}_x)_y\text{M}_{1-y-z}\text{B}_z$ 合金（RはTb、Ho、Dyより選ばれる少なくとも1種以上、MはFe金属、または、Co、Niより選ばれる少なくとも1種以上を含むFe基合金）からなる薄膜磁石であって、その組成は $0.04 \leq x \leq 0.10$ 、 $0.11 \leq y \leq 0.15$ および $0.08 \leq z \leq 0.15$ であることを特徴とする薄膜磁石。

【請求項2】 真空槽中に配置された基板に成膜することにより $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型の強磁性化合物を主相とする $(\text{Nd}_{1-x}\text{R}_x)_y\text{M}_{1-y-z}\text{B}_z$ 合金（RはTb、Ho、Dyより選ばれる少なくとも1種以上、MはFe金属、または、Co、Niより選ばれる少なくとも1種以上を含むFe基合金）からなり、その組成は $0.04 \leq x \leq 0.10$ 、 $0.11 \leq y \leq 0.15$ および $0.08 \leq z \leq 0.15$ である薄膜磁石を製造する方法であって、上記基板を所定温度に加熱し、所定のガス圧力、所定の成膜速度で上記基板に成膜することを特徴とする薄膜磁石の製造方法。

【請求項3】 基板の温度を $530 \sim 570^\circ\text{C}$ とすることを特徴とする請求項第2項記載の薄膜磁石の製造方法。

【請求項4】 成膜速度を $0.1 \sim 4 \mu\text{m}/\text{時間}$ とすることを特徴とする請求項第2項記載の薄膜磁石の製造方法。

【請求項5】 ガス圧力を $0.05 \sim 4 \text{Pa}$ とすることを特徴とする請求項第2項記載の薄膜磁石の製造方法。

【請求項6】 基板温度 $530 \sim 570^\circ\text{C}$ かつ成膜速度 $0.1 \sim 4 \mu\text{m}/\text{時間}$ かつガス圧力 $0.05 \sim 4 \text{Pa}$ で成膜することを特徴とする請求項第2項記載の薄膜磁石の製造方法。

【請求項7】 円柱または円筒形状の基板と、この基板の側面に成膜された垂直磁化膜とを備え、ラジアル異方性を有することを特徴とする円筒形強磁性薄膜。

【請求項8】 垂直磁化膜は、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型の強磁性化合物を主相とする $(\text{Nd}_{1-x}\text{R}_x)_y\text{M}_{1-y-z}\text{B}_z$ 合金（RはTb、Ho、Dyより選ばれる少なくとも1種以上、MはFe金属、または、Co、Niより選ばれる少なくとも1種以上を含むFe基合金）からなり、その組成は $0.04 \leq x \leq 0.10$ 、 $0.11 \leq y \leq 0.15$ および $0.08 \leq z \leq 0.15$ であることを特徴とする請求項第7項記載の円筒形強磁性薄膜。

【請求項9】 基板と垂直磁化膜との間にバッファ層が設けられていることを特徴とする請求項第7項または第8項記載の円筒形強磁性薄膜。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は薄膜磁石およびその製

造方法ならびに円筒形強磁性薄膜、特に、小型モータ、マイクロ波発振器、マイクロマシン等の小型デバイスあるいは磁気記録デバイスに用いる薄膜磁石およびその製造方法ならびに円筒形強磁性薄膜に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、ビデオムービー、カセットテープレコーダ、通信機等の小型・軽量・高性能化が進んでいる。これらの機器を構成する小型デバイスに用いる磁石は、現在ボンド磁石あるいは焼結磁石のブロックを機械加工することにより得ている。

【0003】 デバイスの高性能化のため、磁石の最大エネルギー積は高いことが望ましい。しかし、小型磁石では成形性が重視されるため、機械加工性に優れていることが重要である。焼結磁石の最大エネルギー積は最高 $370 \text{kJ}/\text{m}^3$ 程度と非常に高いものの、脆い材料であるため機械による微小形状加工に難があり、小型磁石には不向きである。一方、ボンド磁石は機械加工性に優れているため、現在ミリサイズの磁石ではボンド磁石が主流になっている。しかし、最大エネルギー積は量産レベルで $40 \sim 120 \text{kJ}/\text{m}^3$ 程度であり、研究開発レベルでも $170 \text{kJ}/\text{m}^3$ 程度しか得られていない。

【0004】 また、小型モータ、小型回転センサ等に使用するラジアル異方性を有する円筒形磁石は、現在、磁場中成形法、押出成形法等により作製されている。磁場中成形法ではラジアル方向の磁場形成のために円筒形磁石の内径にある程度のサイズを必要とすることから、現在製造されている磁石外径は最小で 1cm 程度である。また、押出成形法ではプレス圧力に耐える強度を確保するため金型にある程度の大きさを必要とすることから、現在製造されている磁石外径はやはり最小で 1cm 程度である。これらの磁石はさらに機械加工され、必要な真円度および寸法精度が確保される。ミリサイズまたはそれ以下のサイズのラジアル異方性を有する円筒形磁石の場合、こうした製造プロセスではその作製が困難である。

【0005】 また、産業・医療用の検査・修復ロボットに適用する体格が 1cm^3 以下のマイクロマシン用の磁石の場合、そのサイズは数 mm^3 以下の非常に微小なものになり、機械加工では磁石の作製がほぼ不可能である。

【0006】 一方、小型磁石の作製にスパッタ法等の物理蒸着法を適用すると、磁石の寸法をサブミクロンオーダーで制御することができる。また、成膜条件により、磁石の内部応力、結晶性、結晶配向性等の諸特性を制御することも可能である。これらの利点を生かして、最近希土類合金系の薄膜磁石が開発されている。たとえば、特開平4-99010号公報では、Nd-(Fe、Co、Al)-Bのある組成範囲において、基板温度と成膜速度を選定することにより最大エネルギー積 $80 \sim 111 \text{kJ}/\text{m}^3$ の薄膜磁石が得られることを示してい

る。また、J. Appl. Phys., vol. 70, No. 10, p 6345-6347 (1991) では $\text{Sm}_{0.04}\text{Fe}_{79.16}\text{Ti}_{9.11}\text{V}_{3.69}$ 薄膜において、約 165 kJ/m^3 の最大エネルギー積を得ている。これらは上述のボンド磁石とほぼ同等の最大エネルギー積となっている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】性能を維持したままデバイスの小型化を図るには、現在の小型デバイスに主に使用されているボンド磁石以上の最大エネルギー積を有する磁石が必要となる。しかし、従来の薄膜磁石はボンド磁石の最大エネルギー積を超えるものではないという問題点があった。

【0008】また、小型モータ、小型回転センサ等に用いるラジアル異方性を有する円筒形磁石には、特に 10 ミクロン オーダーの真円度およびラジアル方向の寸法精度が要求される。上述のように、従来法では機械加工により寸法精度を確保しており、機械加工の工程が不可欠であった。また、ミリサイズまたはそれ以下のラジアル異方性を有する円筒形磁石は作製が困難であるという問題点があった。

【0009】この発明は、このような問題を解決するためになされたもので、ボンド磁石の量産レベルを上回る 120 kJ/m^3 以上、最高 220 kJ/m^3 程度の最大エネルギー積を有する薄膜磁石およびその製造方法を得ることを目的とする。また、ミクロンオーダーの真円度および寸法精度が確保されたラジアル異方性を有する円筒形強磁性体を非加工で提供するとともに、ミリサイズまたはそれ以下のラジアル異方性を有する円筒形強磁性薄膜を得ることを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】この発明の請求項第1項に係る発明は、物理蒸着法により作製され、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型の強磁性化合物を主相とする $(\text{Nd}_{1-x}\text{R}_x)_y\text{M}_{1-y-z}\text{B}_z$ 合金 (RはTb、Ho、Dyより選ばれる少なくとも1種以上、MはFe金属、または、Co、Niより選ばれる少なくとも1種以上を含むFe基合金) からなる薄膜磁石であって、その組成は $0.04 \leq x \leq 0.10$ 、 $0.11 \leq y \leq 0.15$ および $0.08 \leq z \leq 0.15$ である。

【0011】この発明の請求項第2項に係る発明は、真空槽中に配置された基板に成膜することにより $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型の強磁性化合物を主相とする $(\text{Nd}_{1-x}\text{R}_x)_y\text{M}_{1-y-z}\text{B}_z$ 合金 (RはTb、Ho、Dyより選ばれる少なくとも1種以上、MはFe金属、または、Co、Niより選ばれる少なくとも1種以上を含むFe基合金) からなり、その組成は $0.04 \leq x \leq 0.10$ 、 $0.11 \leq y \leq 0.15$ および $0.08 \leq z \leq 0.15$ である薄膜磁石を製造する方法であって、上記基板を所定温度に加熱し、所定のガス圧力、所定の成膜速度で上記基板に成膜

するものである。

【0012】この発明の請求項第3項に係る発明は、基板の温度を $530 \sim 570^\circ\text{C}$ とするものである。

【0013】この発明の請求項第4項に係る発明は、成膜速度を $0.1 \sim 4 \mu\text{m/時間}$ とするものである。

【0014】この発明の請求項第5項に係る発明は、ガス圧力を $0.05 \sim 4 \text{ Pa}$ とするものである。

【0015】この発明の請求項第6項に係る発明は、基板温度 $530 \sim 570^\circ\text{C}$ かつ成膜速度 $0.1 \sim 4 \mu\text{m/時間}$ かつガス圧力 $0.05 \sim 4 \text{ Pa}$ で成膜するものである。

【0016】この発明の請求項第7項に係る発明は、円柱または円筒形状の基板と、この基板の側面に成膜された垂直磁化膜とを備え、ラジアル異方性を有するものである。

【0017】この発明の請求項第8項に係る発明は、垂直磁化膜を $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型の強磁性化合物を主相とする $(\text{Nd}_{1-x}\text{R}_x)_y\text{M}_{1-y-z}\text{B}_z$ 合金 (RはTb、Ho、Dyより選ばれる少なくとも1種以上、MはFe金属、または、Co、Niより選ばれる少なくとも1種以上を含むFe基合金) から構成し、その組成を $0.04 \leq x \leq 0.10$ 、 $0.11 \leq y \leq 0.15$ および $0.08 \leq z \leq 0.15$ とするものである。

【0018】この発明の請求項第9項に係る発明は、基板と垂直磁化膜との間にバッファ層を設けたものである。

【0019】

【作用】この発明の請求項第1項においては、ボンド磁石および従来の薄膜磁石に比べて高い残留磁化または保磁力が得られるため、 120 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積が得られる。

【0020】この発明の請求項第2項においては、ボンド磁石および従来の薄膜磁石に比べて高い残留磁化または保磁力が得られるため、 120 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積が得られる薄膜磁石を製造できる。

【0021】この発明の請求項第3項においては、基板温度 $530 \sim 570^\circ\text{C}$ で薄膜磁石を作製することにより、さらに高い保磁力を実現できるため、 140 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積が得られる。

【0022】この発明の請求項第4項においては、成膜速度 $0.1 \sim 4 \mu\text{m/時間}$ で作製することにより、さらに高い残留磁化を実現できるため、 140 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積が得られる。

【0023】この発明の請求項第5項においては、ガス圧を $0.05 \sim 4 \text{ Pa}$ の範囲とすることにより、さらに高い残留磁化を実現できるため、 140 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積が得られる。

【0024】この発明の請求項第6項においては、基板温度 $530 \sim 570^\circ\text{C}$ かつ成膜速度 $0.1 \sim 4 \mu\text{m/時間}$ かつガス圧 $0.05 \sim 4 \text{ Pa}$ で作製すれば、高い残留

磁化および保磁力を実現できるため、 160 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積が得られる。

【0025】この発明の請求項第7項においては、円柱または円筒基板の側面に垂直磁化膜が成膜されているので、ミクロンオーダーの真円度およびラジアル方向の寸法精度が確保されたラジアル異方性を有する円筒形強磁性体を非加工で得ることができる。また、ミリサイズまたはそれ以下のサイズでも高いラジアル異方性を有する円筒形強磁性体を精度よく作製できる。

【0026】この発明の請求項第8項においては、垂直磁化膜を請求項第1項記載の薄膜磁石とすれば、高いラジアル異方性を実現するとともに高い最大エネルギー積を達成できる。

【0027】この発明の請求項第9項においては、基板と垂直磁化膜との間にバッファ層を設けることにより基板と強磁性薄膜との密着度を向上させることができる。また、バッファ層により垂直磁化膜の結晶配向性を向上させ、高いラジアル異方性を実現することもできる。

【0028】

【実施例】次に、この発明による薄膜磁石およびその製造方法ならびに円筒形強磁性薄膜について、図面を参照しながら具体的に説明する。図1は、この発明の一実施例による薄膜磁石を形成するための成膜装置を示す概略断面図である。なお、各図中、同一符号は同一又は相当部分を示している。図1において、真空槽1には成膜機構を設置できるポート2が設けられており、ここではスパッタの機構としてカソード電極3およびφ3インチのターゲット4および開閉式のシャッター板5が設置されている。ターゲット4に対向して基板ホルダ6が設置されており、φ2インチの基板7およびマスク8が装着できる。また、9はヒータであり、基板7を約 800°C まで加熱することができる。

【0029】この成膜装置では、ターゲット4を例えば(Nd、R)-M-B合金とし、排気系10により真空槽1内を十分に排気した後、バルブ11を介して成膜ガスを真空槽1に導入し、ターゲット4を放電させてスパッタリングを行うことにより、基板7にこの発明による薄膜磁石を形成する。また、マスク8により基板7の所望の箇所にのみ薄膜磁石を形成できる。なお、シャッター板5が閉じられていれば、基板7に成膜物質が付着しないようになっており、また、ターゲット4への投入電力、Arガス圧、基板7の温度はそれぞれ、電力コントローラ12、マスフローコントローラ13、温度コントローラ14によって精密に制御することができる。

【0030】この実施例では成膜法としてスパッタ法が用いられているが、真空蒸着法による場合は図2に示すように、ポート2に蒸発源15を設置し、例えば(Nd、R)-M-B合金を原料として加熱・蒸発させることにより同様の成膜ができる。また、レーザーアブレーション法による場合は、図3に示すようにレーザー光源1

6からのレーザー光をスリット17を経てレンズ18で集光し、ターゲット回転機構19で(Nd、R)-M-B合金製のターゲット4を回転させながらアブレーションを行うことにより、やはりスパッタ法の場合と同様の成膜ができる。すなわち、この発明による薄膜磁石は、スパッタ法、真空蒸着法、レーザーアブレーション法等の物理蒸着法により作製することが可能である。

【0031】また、上述では、成膜機構はいずれも単元の場合を示したが、多元の場合も同様に薄膜磁石を形成することができる。図4にその代表例として、多元同時スパッタ法による場合の成膜装置の水平断面図を示す。また、図5は図4のA-A'線に沿った断面図である。これらの図において、真空槽1の中には3基のカソード電極3a、3b、3cが設置されており、その中央部にはφ2インチの基板7を同時に6枚装着可能な回転式基板ホルダ20が設けられている。3基のカソード電極3a、3b、3cには、φ3インチのターゲット4a、4b、4cがそれぞれ設置されており、回転式基板ホルダ20を回転機21で回転させながら3基のターゲット4a、4b、4cを同時に放電させてスパッタリングすることにより、各ターゲット組成の混合組成の薄膜を形成することができる。

【0032】さらに、3基のカソード電極3a、3b、3cにはそれぞれ電力コントローラ12a、12b、12cが個別に接続されており、各ターゲット4a、4b、4cへの投入電力をこれらの電力コントローラ12a、12b、12cで独立に制御することにより、種々の組成の薄膜が形成可能である。成膜時の成膜ガスはバルブ11を介して真空槽1に導入され、その流量はマスフローコントローラ13により制御される。また、基板7は回転式基板ホルダ20の内側に設置されたヒータ9により加熱することができ、基板7の温度は温度コントローラ14により制御される。さらに、回転式基板ホルダ20と各ターゲット4a、4b、4cとの間には開閉式のシャッター板5a、5b、5cが取り付けられており、スパッタリング中であつてもシャッターが閉じられていれば、基板7に成膜物質が付着しないようになっている。この成膜装置によれば、3元の組成を独立に制御できるため、この発明による $(\text{Nd}_{1-x}\text{R}_x)_y\text{M}_{1-y-z}\text{B}_z$ 薄膜磁石等の多元系の薄膜の組成を容易に制御することができる。

【0033】上述の物理蒸着法により得られた薄膜は、請求項第1項記載の組成範囲を含むある組成範囲において $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型の強磁性相が主相となり、その結晶のC軸が膜厚方向に配向するため、膜厚方向の磁気異方性が強い垂直磁化膜となる。そして、特に薄膜の組成が請求項第1項記載の組成範囲であれば、ボンド磁石または従来の薄膜磁石と比較して高い残留磁化または保磁力が得られるため 120 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積を得ることができる。

【0034】なお、基板温度は薄膜の結晶化温度以上であれば特に限定されないが、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型の強磁性相が安定に得られ、その結晶のC軸が膜厚方向に配向する温度範囲が好ましい。例えば、表1に種々の基板温度で作製した($\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07}$) $_{0.13}\text{Fe}_{0.76}\text{B}_{0.11}$ 薄膜(結晶化温度: 480°C)の材料特性を示すが、基板

温度が結晶化温度以上の $500\sim 630^\circ\text{C}$ 程度であれば $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型の強磁性相を主相とし、その結晶のC軸が膜厚方向に配向した薄膜が得られ、高い最大エネルギー積を実現できることがわかる。

【0035】

【表1】

表1

	基板温度 ($^\circ\text{C}$)	主相	C軸 配向性	最大エネルギー 積 (kJ/m^2)	結晶化処理	主相	C軸 配向性	最大エネルギー 積 (kJ/m^2)
試料1	300	アモルファス	×	1以下	$530^\circ\text{C}\times 30\text{min}$	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型結晶相	×	68
試料2	400	アモルファス	×	1以下	$530^\circ\text{C}\times 30\text{min}$	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型結晶相	×	73
試料3	420	アモルファス	×	1以下	$530^\circ\text{C}\times 30\text{min}$	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型結晶相	○	158
試料4	480	アモルファス	×	1以下	$530^\circ\text{C}\times 30\text{min}$	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型結晶相	○	166
試料5	500	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型結晶相	○	165				
試料6	550	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型結晶相	○	174				
試料7	600	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型結晶相	○	163				
試料8	630	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型結晶相	○	155				
試料9	700	$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型結晶相	×	97				

【0036】また、表1中の試料4で示されるように、結晶化温度付近で形成し、十分に結晶化しておらずにアモルファス相が主相となっている場合でも、電気炉等で結晶化温度以上で加熱する結晶化処理を施して $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型の強磁性相を析出させることにより、前記垂直磁化膜を得ることが可能である。また、試料3で示されるように、基板温度が結晶化温度以下の場合であっても結晶化温度との差が 60°C 以内であれば、結晶化処理により、やはり前記垂直磁化膜が得られ、基板温度 $500^\circ\text{C}\sim 630^\circ\text{C}$ で作製した薄膜とほぼ同等の最大エネルギー積を実現できる。一方、基板温度が結晶化温度より 80°C 以上低い場合は、結晶化処理を施しても結晶のC軸は膜厚方向に配向せずに等方性の薄膜しか得られていない。また、 700°C 等の基板温度では結晶のC軸配向性が崩れるため、極端に高い基板温度は好ましくない。

【0037】以上より、この発明による薄膜磁石は、結晶化処理を行えば結晶化温度以下の基板温度でも作製可能であり、極めて広い温度範囲で作製できることがわか

る。なお、表1中のC軸配向性は図6に示す薄膜磁石のX線回折パターンにおいて、 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型化合物の全ピーク強度 ΣI に対するC面のピーク $I_{(00n)}$ (n は1~10の整数)とC面に近い(105)面のピーク $I_{(105)}$ との和の割合($I_{(00n)}+I_{(105)}/\Sigma I$)が0.9以上であれば良好(○)、0.9未満の場合は不良(×)とした。これは、後述する表2、表3および表4についても同様である。

【0038】また、成膜速度については一般の磁性薄膜形成の場合の数 $\mu\text{m}/\text{hour}$ (時間)以下であれば特に限定されない。しかし、次の表2における($\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07}$) $_{0.13}\text{Fe}_{0.76}\text{B}_{0.11}$ 薄膜の材料特性に示されるように、 $40\mu\text{m}/\text{hour}$ 等の成膜速度では結晶のC軸配向性が崩れるため、極端に高い成膜速度は好ましくない。

【0039】

【表2】

表2

	成膜速度($\mu\text{m}/\text{hour}$)	C軸配向性	最大エネルギー積(kJ/m^2)
試料1	0.05	○	162
試料2	0.1	○	169
試料3	0.5	○	170
試料4	1.0	○	172
試料5	5.0	○	170
試料6	8.0	○	166
試料7	10.0	○	165
試料8	20.0	○	160
試料9	40.0	×	86

【0040】また、基板材料は特に限定されず、次の表3における($\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07}$) $_{0.13}\text{Fe}_{0.76}\text{B}_{0.11}$ 薄膜の材料特性に示されるように、ガラス、Si、金属、合金、酸化物、窒化物等幅広い材料が使用できる。なお、表3中のFe、Fe-Si、Fe-Co、Fe-Ni基板のタイプでスパッタ膜とあるのは、各材料を石英

ガラス板上にスパッタ法により成膜して得たもので、すなわち、石英ガラス板の表面を各材料のスパッタ膜で被覆した形となっている。

【0041】

【表3】

表3

	基板材料	基板のタイプ (板厚)	C軸配向性	最大エネルギー積 (kJ/m^2)
試料1	石英ガラス	バルク(0.5mm)	○	165
試料2	Si	単結晶ウエハ(0.35mm)	○	161
試料3	Al_2O_3	バルク(0.8mm)	○	163
試料4	MgO	バルク(0.8mm)	○	166
試料5	TiN	バルク(0.8mm)	○	170
試料6	W	バルク(0.5mm)	○	169
試料7	Fe	スパッタ膜(0.2 μm)	○	161
試料8	Fe-Si	スパッタ膜(0.2 μm)	○	160
試料9	Fe-Co	スパッタ膜(0.2 μm)	○	167
試料10	Fe-Ni	スパッタ膜(0.2 μm)	○	159

【0042】さらに、成膜がスパッタ法による場合、成膜ガス圧については一般の磁性薄膜形成の場合の数mmPa～数Pa程度であれば特に限定されない。しかし、次の表4における($\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07}$) $_{0.13}\text{Fe}_{0.76}\text{B}_{0.11}$ 薄膜の材料特性に示されるように、40Pa等のガ

ス圧では結晶のC軸配向性が崩れるため、極端に高いガス圧は好ましくない。

【0043】

【表4】

表4

	Arガス圧(Pa)	C軸配向性	最大エネルギー積(kJ/m^2)
試料1	0.05	○	170
試料2	0.50	○	168
試料3	2.00	○	169
試料4	5.00	○	166
試料5	8.00	○	165
試料6	20.0	○	161
試料7	40.0	×	92

【0044】次に、実施例に基づいてこの発明をさらに詳細に説明する。

実施例1. 図4に示した成膜装置におけるターゲット4a

をNd-R(RはTb、またはHo、またはDy)、ターゲット4bをFe金属、ターゲット4cをFeB合金として、各カソード電極3a、3b、3cに取り付け

た。なお、ターゲット4aはφ3インチのNd金属ターゲット上に5mm×5mm×1mmのR金属チップを配置して作製した。次に、12mm×12mm×0.5mmの石英ガラス基板を回転式基板ホルダ20に装着し、真空槽1内を排気系10により 1×10^{-4} Pa以下に排気した後、ヒータ9により基板7を590℃まで加熱した。

【0045】基板7の温度が安定した後、Arガスを真空槽1内に導入して圧力を8Paで一定とするともに、回転式基板ホルダ20を回転機21により回転させた。そして、シャッター板5a、5b、5cを閉じた状態で各ターゲット4a、4b、4cに電圧を印加して同時に放電させ、5～15分のスパッタリングを行ってターゲット表面の酸化物を除去した後、シャッター板5a、5b、5cを開いて基板7上への成膜を開始した。

表5

	組成	残留磁化 (T)	保磁力 (kA/m)	最大エネルギー 積 (kJ/m ³)
試料1	$(Nd_{0.96}Tb_{0.04})_{0.11}Fe_{0.81}B_{0.08}$	1.09	528	156
試料2	$(Nd_{0.96}Tb_{0.04})_{0.11}Fe_{0.74}B_{0.15}$	1.00	712	143
試料3	$(Nd_{0.96}Tb_{0.04})_{0.13}Fe_{0.76}B_{0.11}$	1.03	672	161
試料4	$(Nd_{0.96}Tb_{0.04})_{0.15}Fe_{0.77}B_{0.08}$	1.02	600	145
試料5	$(Nd_{0.96}Tb_{0.04})_{0.15}Fe_{0.70}B_{0.15}$	0.92	768	128
試料6	$(Nd_{0.93}Tb_{0.07})_{0.11}Fe_{0.81}B_{0.08}$	1.06	624	194
試料7	$(Nd_{0.93}Tb_{0.07})_{0.11}Fe_{0.78}B_{0.11}$	1.02	696	170
試料8	$(Nd_{0.93}Tb_{0.07})_{0.11}Fe_{0.74}B_{0.15}$	0.97	800	157
試料9	$(Nd_{0.93}Tb_{0.07})_{0.13}Fe_{0.79}B_{0.08}$	1.02	656	184
試料10	$(Nd_{0.93}Tb_{0.07})_{0.13}Fe_{0.76}B_{0.11}$	1.00	736	165
試料11	$(Nd_{0.93}Tb_{0.07})_{0.13}Fe_{0.72}B_{0.15}$	0.93	832	149
試料12	$(Nd_{0.93}Tb_{0.07})_{0.15}Fe_{0.77}B_{0.08}$	1.00	688	172
試料13	$(Nd_{0.93}Tb_{0.07})_{0.15}Fe_{0.74}B_{0.11}$	0.97	768	157
試料14	$(Nd_{0.93}Tb_{0.07})_{0.15}Fe_{0.70}B_{0.15}$	0.88	840	141
試料15	$(Nd_{0.90}Tb_{0.10})_{0.11}Fe_{0.81}B_{0.08}$	1.01	656	153
試料16	$(Nd_{0.90}Tb_{0.10})_{0.11}Fe_{0.74}B_{0.15}$	0.91	840	132
試料17	$(Nd_{0.90}Tb_{0.10})_{0.13}Fe_{0.76}B_{0.11}$	0.95	760	144
試料18	$(Nd_{0.90}Tb_{0.10})_{0.15}Fe_{0.77}B_{0.08}$	0.94	704	135
試料19	$(Nd_{0.90}Tb_{0.10})_{0.15}Fe_{0.70}B_{0.15}$	0.86	880	133

成膜速度8μm/hourで所定の時間成膜を行った後、各ターゲットの放電、Arガスの供給およびヒータによる基板加熱を同時に停止して、排気を行いながら真空槽1内で徐冷して約2μm厚の $(Nd_{1-x}R_x)_yM_{1-y-z}B_z$ 薄膜を得た。なお、薄膜磁石の組成は、組成式におけるy、zを各ターゲットへの投入電力により、xをRのチップ枚数によりそれぞれ独立に変化させることで制御した。

【0046】表5にこの発明による薄膜磁石においてRがTbである場合の $(Nd_{1-x}Tb_x)_yFe_{1-y-z}B_z$ 薄膜を代表に取り上げ、その膜厚方向の磁気特性について示した。

【0047】

【表5】

【0048】

【表6】

表5の続き

	組 成	残留磁化 (T)	保磁力 (kA/m)	最大エネルギー 積 (kJ/m ³)
比較例1	Nd-Fe-B系ボンド磁石1	0.70	400	90
比較例2	Nd-Fe-B系ボンド磁石2	0.79	840	105
比較例3	Nd-Fe-B系ボンド磁石3	0.69	740	85
比較例4	Nd _{0.11} Fe _{0.81} B _{0.08}	1.12	248	71
比較例5	Nd _{0.11} Fe _{0.74} B _{0.15}	1.04	544	132
比較例6	Nd _{0.13} Fe _{0.76} B _{0.11}	1.03	336	116
比較例7	Nd _{0.15} Fe _{0.77} B _{0.08}	1.05	280	85
比較例8	Nd _{0.15} Fe _{0.70} B _{0.15}	0.94	600	119
比較例9	Nd _{0.19} Fe _{0.63} B _{0.18}	0.68	902	62
比較例10	(Nd _{0.98} Tb _{0.02}) _{0.11} Fe _{0.81} B _{0.08}	1.10	336	106
比較例11	(Nd _{0.98} Tb _{0.02}) _{0.11} Fe _{0.74} B _{0.15}	1.02	608	143
比較例12	(Nd _{0.98} Tb _{0.02}) _{0.13} Fe _{0.76} B _{0.11}	1.04	424	131
比較例13	(Nd _{0.98} Tb _{0.02}) _{0.15} Fe _{0.77} B _{0.08}	1.04	312	95
比較例14	(Nd _{0.98} Tb _{0.02}) _{0.15} Fe _{0.70} B _{0.15}	0.93	648	127
比較例15	(Nd _{0.85} Tb _{0.15}) _{0.11} Fe _{0.81} B _{0.08}	0.98	696	144
比較例16	(Nd _{0.85} Tb _{0.15}) _{0.11} Fe _{0.74} B _{0.15}	0.87	872	113
比較例17	(Nd _{0.85} Tb _{0.15}) _{0.13} Fe _{0.76} B _{0.11}	0.89	800	123
比較例18	(Nd _{0.85} Tb _{0.15}) _{0.15} Fe _{0.77} B _{0.08}	0.88	736	108
比較例19	(Nd _{0.85} Tb _{0.15}) _{0.15} Fe _{0.70} B _{0.15}	0.77	920	91
比較例20	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.90} Fe _{0.85} B _{0.06}	1.02	72	23

【0049】

【表7】

表5の続き

	組 成	残留磁化 (T)	保磁力 (kA/m)	最大エネルギー 積 (kJ/m ³)
比較例21	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.90} Fe _{0.83} B _{0.08}	0.96	72	22
比較例22	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.90} Fe _{0.80} B _{0.11}	0.89	80	25
比較例23	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.90} Fe _{0.76} B _{0.15}	0.86	240	43
比較例24	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.90} Fe _{0.74} B _{0.17}	0.85	200	32
比較例25	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.11} Fe _{0.83} B _{0.06}	1.07	208	52
比較例26	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.11} Fe _{0.72} B _{0.17}	0.84	680	95
比較例27	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.13} Fe _{0.81} B _{0.06}	1.04	232	61
比較例28	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.13} Fe _{0.70} B _{0.17}	0.80	696	96
比較例29	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.15} Fe _{0.79} B _{0.06}	1.00	256	71
比較例30	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.15} Fe _{0.68} B _{0.17}	0.73	704	77
比較例31	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.17} Fe _{0.77} B _{0.06}	0.88	360	85
比較例32	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.17} Fe _{0.75} B _{0.08}	0.86	600	108
比較例33	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.17} Fe _{0.72} B _{0.11}	0.79	704	96
比較例34	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.17} Fe _{0.68} B _{0.15}	0.72	760	84
比較例35	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.17} Fe _{0.66} B _{0.17}	0.67	840	73

【0050】表5から明らかなように、 $0.04 \leq x \leq 0.10$ 、 $0.11 \leq y \leq 0.15$ 、 $0.08 \leq z \leq 0.15$ の組成範囲において、同表の比較例1～3に示すボンド磁石、また、比較例4～9に示す従来のNd-Fe-B薄膜磁石に比べて高い保磁力または残留磁化が得られるため、 $128 \sim 194 \text{ kJ/m}^3$ の高い最大エネルギー積を実現している。一方、xの組成が本発明の範囲 $0.04 \leq x \leq 0.10$ からはずれた場合、例えば比較例10～19に示すように $x=0.02$ または $x=0.15$ では、ある値のy、zで最大エネルギー積が 120 kJ/m^3 を下回る。 $x=0.02$ の場合は従来の薄膜磁石と比較して保磁力が若干改善されているものの十分な値とはならないため、前記のy、zの範囲すべてにおいて 120 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積を得るに至らない。

【0051】また、 $x=0.15$ では保磁力は十分に高いものの残留磁化の低下が大きいため、やはり前記のy、zの範囲すべてにわたって 120 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積を得ることが困難になる。また、 $0.04 \leq x \leq 0.10$ であってもy、zの組成範囲がこの発明の $0.11 \leq y \leq 0.15$ 、 $0.08 \leq z \leq 0.15$ の組成範囲をはずれると、比較例20～35に示すように 120 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積は得られなくなる。例えば組成が低Nd、低B組成側にずれた場合、膜中に $\alpha\text{-Fe}$ が析出するため高い保磁力を得ることができない。また、高Nd組成側にずれた場合は薄膜磁石

の膜厚方向の磁気異方性が崩れるため残留磁化および保磁力が共に低下する。さらに、高B組成側にずれた場合には残留磁化の低下が大きくなる。従って、 120 kJ/m^3 を越える最大エネルギー積は $0.04 \leq x \leq 0.10$ 、 $0.11 \leq y \leq 0.15$ 、 $0.08 \leq z \leq 0.15$ の組成領域で得られることがわかる。なお、RがHfまたはDyである場合も同様の結果となっている。

【0052】実施例2. 次に、図4に示した成膜装置におけるターゲット4aをNd-Tb、ターゲット4bをM (MはFe-Co合金、またはFe-Ni合金、またはFe-Co-Ni合金)、ターゲット4cをFeB合金として実施例1と同様の手順により石英ガラス基板上に約 $2 \mu\text{m}$ 厚の $(\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07})_{y}\text{M}_{1-y-z}\text{B}_z$ 薄膜磁石を形成した。基板温度は 590°C 、Arガス圧は 8 Pa 、成膜速度は $8 \mu\text{m/hour}$ とした。表6にこの発明による薄膜磁石の膜厚方向の磁気特性を示す。CoおよびNiの組成の変化により若干磁気特性が変化すること、基本的には上述の $(\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07})_y\text{Fe}_{1-y-z}\text{B}_z$ 薄膜磁石とほぼ同等の磁気とほぼ同等の磁気特性となっている。従って、MはFe-Co、またはFe-Ni、またはFe-Co-NiであってもFeとほぼ同様に 120 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積を実現できることがわかる。

【0053】

【表8】

表6

	組 成	残留磁化 (T)	保磁力 (kA/m)	最大エネルギー 積 (kJ/m ³)
試料1	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.11} (Fe _{0.85} Co _{0.15}) _{0.81} B _{0.08}	1.10	640	203
試料2	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.11} (Fe _{0.85} Co _{0.15}) _{0.74} B _{0.15}	1.01	824	168
試料3	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.13} (Fe _{0.85} Co _{0.15}) _{0.76} B _{0.11}	1.03	752	171
試料4	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.15} (Fe _{0.85} Co _{0.15}) _{0.77} B _{0.08}	1.02	688	178
試料5	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.15} (Fe _{0.85} Co _{0.15}) _{0.70} B _{0.15}	0.92	856	149
試料6	(Nd _{0.83} Tb _{0.07}) _{0.11} (Fe _{0.70} Co _{0.30}) _{0.81} B _{0.08}	1.05	632	196
試料7	(Nd _{0.83} Tb _{0.07}) _{0.11} (Fe _{0.70} Co _{0.30}) _{0.74} B _{0.15}	0.98	808	160
試料8	(Nd _{0.83} Tb _{0.07}) _{0.13} (Fe _{0.70} Co _{0.30}) _{0.76} B _{0.11}	0.98	720	165
試料9	(Nd _{0.83} Tb _{0.07}) _{0.15} (Fe _{0.70} Co _{0.30}) _{0.77} B _{0.08}	1.00	672	170
試料10	(Nd _{0.83} Tb _{0.07}) _{0.15} (Fe _{0.70} Co _{0.30}) _{0.70} B _{0.15}	0.89	832	144
試料11	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.11} (Fe _{0.98} Ni _{0.02}) _{0.81} B _{0.08}	1.05	632	189
試料12	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.11} (Fe _{0.98} Ni _{0.02}) _{0.74} B _{0.15}	0.97	800	154
試料13	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.13} (Fe _{0.98} Ni _{0.02}) _{0.76} B _{0.11}	0.99	728	162

【0054】

【表9】

表6の続き

	組 成	残留磁化 (T)	保磁力 (kA/m)	最大エネルギー 積 (kJ/m ³)
試料14	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.15} (Fe _{0.98} Ni _{0.02}) _{0.77} B _{0.08}	1.00	696	168
試料15	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.15} (Fe _{0.98} Ni _{0.02}) _{0.70} B _{0.15}	0.87	808	137
試料16	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.11} (Fe _{0.96} Ni _{0.04}) _{0.81} B _{0.08}	1.03	648	180
試料17	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.11} (Fe _{0.96} Ni _{0.04}) _{0.74} B _{0.15}	0.95	824	153
試料18	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.13} (Fe _{0.96} Ni _{0.04}) _{0.76} B _{0.11}	0.97	712	158
試料19	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.15} (Fe _{0.96} Ni _{0.04}) _{0.77} B _{0.08}	1.00	672	164
試料20	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.15} (Fe _{0.96} Ni _{0.04}) _{0.70} B _{0.15}	0.86	864	133
試料21	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.11} (Fe _{0.80} Co _{0.15} Ni _{0.05}) _{0.81} B _{0.08}	1.07	624	191
試料22	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.11} (Fe _{0.80} Co _{0.15} Ni _{0.05}) _{0.74} B _{0.15}	0.99	792	161
試料23	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.13} (Fe _{0.80} Co _{0.15} Ni _{0.05}) _{0.76} B _{0.11}	1.00	760	169
試料24	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.15} (Fe _{0.80} Co _{0.15} Ni _{0.05}) _{0.77} B _{0.08}	0.98	720	177
試料25	(Nd _{0.93} Tb _{0.07}) _{0.15} (Fe _{0.80} Co _{0.15} Ni _{0.05}) _{0.70} B _{0.15}	0.91	880	153

【0055】実施例3. 図4に示した成膜装置におけるターゲット4aをNd-Tb、ターゲット4bをFe金属、ターゲット4cをFeB合金として実施例1と同様の手順により石英ガラス基板上に約2μm厚の(Nd_{1-x}Tb_x)_yFe_{1-y-z}B_z薄膜磁石を形成した。基板温度は510~590℃、Arガス圧は8Pa、成膜速度は8μm/hourとした。図7に得られた薄膜磁石の

磁気特性の基板温度依存性を示す。図7から明らかなように、基板温度530~570℃の範囲で特に高い保磁力が得られ、少なくとも140kJ/m³以上の最大エネルギー積が達成できる。

【0056】実施例4. 成膜速度0.05~20μm/hour、Arガス圧8Pa、基板温度590℃として実施例3と同様に(Nd_{1-x}Tb_x)_yFe_{1-y-z}B_z薄膜

磁石を形成した。図8に得られた薄膜磁石の磁気特性の成膜速度依存性を示す。図8から明らかなように、 $0.1 \sim 4 \mu\text{m}/\text{hour}$ の範囲で特に高い残留磁化が得られ、少なくとも $140 \text{ kJ}/\text{m}^3$ 以上の最大エネルギー積が得られる。

【0057】実施例5. Arガス圧 $0.05 \sim 2.0 \text{ Pa}$ 、基板温度 590°C 、成膜速度は $8 \mu\text{m}/\text{hour}$ として実施例3と同様に $(\text{Nd}_{1-x}\text{Tb}_x)_y\text{Fe}_{1-y-z}\text{B}_z$ 薄膜磁石を形成した。図9に得られた薄膜磁石の磁気特

性のArガス依存性を示す。 $0.05 \sim 4 \text{ Pa}$ の範囲で特に高い残留磁化が得られ、少なくとも $140 \text{ kJ}/\text{m}^3$ 以上の最大エネルギー積を実現できる。

【0058】実施例6. さらに、基板温度 $530 \sim 570^\circ\text{C}$ 、成膜速度 $0.1 \sim 4 \mu\text{m}/\text{hour}$ 、Arガス圧 $0.05 \sim 4 \text{ Pa}$ で実施例3と同様に $(\text{Nd}_{1-x}\text{Tb}_x)_y\text{Fe}_{1-y-z}\text{B}_z$ 薄膜磁石を形成した。結果を表7に示す。

【0059】

【表10】

表7

	組 成	基板温度 ($^\circ\text{C}$)	Arガス圧 (Pa)	成膜速度 ($\mu\text{m}/\text{hour}$)	最大エネルギー 積 (kJ/m^3)
試料1	$(\text{Nd}_{0.96}\text{Tb}_{0.04})_{0.11}\text{Fe}_{0.81}\text{B}_{0.08}$	530	0.05	4.0	182
試料2	$(\text{Nd}_{0.96}\text{Tb}_{0.04})_{0.13}\text{Fe}_{0.74}\text{B}_{0.11}$	530	0.05	4.0	195
試料3	$(\text{Nd}_{0.96}\text{Tb}_{0.04})_{0.15}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.15}$	530	0.05	4.0	166
試料4	$(\text{Nd}_{0.90}\text{Tb}_{0.10})_{0.11}\text{Fe}_{0.81}\text{B}_{0.08}$	530	4.0	0.1	187
試料5	$(\text{Nd}_{0.90}\text{Tb}_{0.10})_{0.13}\text{Fe}_{0.74}\text{B}_{0.11}$	530	4.0	0.1	176
試料6	$(\text{Nd}_{0.90}\text{Tb}_{0.10})_{0.15}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.15}$	530	4.0	0.1	165
試料7	$(\text{Nd}_{0.96}\text{Tb}_{0.04})_{0.11}\text{Fe}_{0.81}\text{B}_{0.08}$	570	0.05	0.1	188
試料8	$(\text{Nd}_{0.96}\text{Tb}_{0.04})_{0.13}\text{Fe}_{0.74}\text{B}_{0.11}$	570	0.05	0.1	199
試料9	$(\text{Nd}_{0.96}\text{Tb}_{0.04})_{0.15}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.15}$	570	0.05	0.1	168
試料10	$(\text{Nd}_{0.90}\text{Tb}_{0.10})_{0.11}\text{Fe}_{0.81}\text{B}_{0.08}$	570	4.0	4.0	187
試料11	$(\text{Nd}_{0.90}\text{Tb}_{0.10})_{0.13}\text{Fe}_{0.74}\text{B}_{0.11}$	570	4.0	4.0	175
試料12	$(\text{Nd}_{0.90}\text{Tb}_{0.10})_{0.15}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.15}$	570	4.0	4.0	164

【0060】

【表11】

表7の続き

	組 成	基板温度 ($^\circ\text{C}$)	Arガス圧 (Pa)	成膜速度 ($\mu\text{m}/\text{hour}$)	最大エネルギー 積 (kJ/m^3)
試料13	$(\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07})_{0.11}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.08}$	550	2.0	4.0	204
試料14	$(\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07})_{0.11}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.08}$	550	2.0	0.1	208
試料15	$(\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07})_{0.11}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.08}$	550	0.05	2.0	220
試料16	$(\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07})_{0.11}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.08}$	550	4.0	2.0	215
試料17	$(\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07})_{0.11}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.08}$	530	2.0	2.0	212
試料18	$(\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07})_{0.11}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.08}$	570	2.0	2.0	204
試料19	$(\text{Nd}_{0.93}\text{Tb}_{0.07})_{0.11}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.08}$	550	2.0	2.0	214
比較例1	$(\text{Nd}_{0.96}\text{Tb}_{0.04})_{0.15}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.15}$	600	2.0	2.0	150
比較例2	$(\text{Nd}_{0.96}\text{Tb}_{0.04})_{0.15}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.15}$	550	8.0	2.0	156
比較例3	$(\text{Nd}_{0.96}\text{Tb}_{0.04})_{0.15}\text{Fe}_{0.70}\text{B}_{0.15}$	550	2.0	8.0	151

【0061】成膜条件をこのような範囲に限定すること

で、特に高い保磁力および残留磁化が得られ、少なくと

も 160 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積が得られる。なお、この条件範囲を外れると比較例1~3に示すように 160 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積は得られない。

【0062】次に、この発明のラジアル異方性を有する円筒形強磁性薄膜について、図面を参照しながら具体的に説明する。図10はこの発明の一実施例によるラジアル異方性を有する円筒形強磁性薄膜を示す概略断面図である。図において、円柱基板22の側面には、垂直磁化膜23が成膜されている。なお、基板として円筒基板を用いることもでき、図11および図12に示すように、垂直磁化膜23が円筒基板24の外側面あるいは内側面に成膜されている円筒形強磁性薄膜であっても良い。また、成膜後、基板が除去された単体の円筒形強磁性薄膜であっても良い。

【0063】薄膜材料としては、膜厚方向に強い磁気異方性を発現するものであれば限定はされず、希土類-遷移金属系合金はもちろんのこと、磁気記録分野で用いられるCo-Cr系合金、Ba系フェライト、さらには光磁気記録分野のMnBi系合金、希土類-遷移金属系アモルファス合金等も使用できる。なお、薄膜材料としてこの発明による(Nd, R)-M-B合金を用いた場合には、高い最大エネルギー積を有するラジアル異方性円筒形薄膜磁石を実現できる。また、基板材料は特に限定されずに、ガラス、金属、合金、酸化物、窒化物等幅広い材料が使用できる。

【0064】さらに、図13に示すように、基板と薄膜との間にバッファ層25を形成することにより、基板と薄膜との密着性、あるいは薄膜のラジアル異方性を向上させることができる。同図では、基板として円柱基板を用いた場合を示しているが、円筒基板の場合についても同様の効果がある。また、円柱または円筒基板側面への薄膜の形成は、垂直磁化膜が形成可能な成膜方式であれば特に限定されるものでなく、例えば、スパッタ法、真空蒸着法、レーザーアブレーション法等により成膜することができる。

【0065】さらに、具体的な実施例について詳細に説明する。図14は、この発明によるラジアル異方性を有する円筒形強磁性薄膜を形成する成膜装置を示す概略断面図である。また、図15は図14のB-B'線に沿った断面図である。これらの図において、真空槽1には成膜機構を設置できるポート2があり、ここではスパッタの機構としてカソード電極3およびφ3インチのターゲット4および開閉式のシャッター板5が設置されている。真空槽1の中央部には円柱基板用ホルダ26が設置されており、直径0.1~20mm程度、長さ10~100mm程度の円柱基板22が取り付けられるようになっている。基板ホルダ26は回転機21により回転できるようにしている。

【0066】また、27は円柱基板加熱用ヒータであ

り、成膜材料および基板材料により赤外線加熱と電磁誘導加熱のいずれか最適な加熱方式を選択でき、また、両者を併用しての使用もできる。この薄膜形成装置では、バルブ11を介して成膜ガスを真空槽1に導入し、円柱基板用ホルダ26を回転させながらターゲット4を放電させてスパッタリングを行うことにより、円柱基板22の側面に均一な組成・膜厚分布を持つ垂直磁化膜23を形成する。また、マスク8により円柱基板22の所望の箇所にのみ薄膜を形成できる。なお、シャッター板5が閉じられていれば、円柱基板22に成膜物質が付着しないようになっている。また、ターゲットへの投入電力、Arガス圧、基板温度はそれぞれ、電力コントローラ12、マスフローコントローラ13、温度コントローラ14によって精密に制御することができる。

【0067】上述では成膜法としてスパッタ法が用いられているが、真空蒸着法による場合は図16に示すように、ポート2に原料の蒸発源15を設置することにより同様の成膜ができる。また、レーザーアブレーション法による場合は、図17に示すようにレーザー光源16からのレーザー光をスリット17を経てレンズ18で集光し、ターゲット回転機構19でターゲット4を回転させながらアブレーションを行うことにより、やはり上述と同様の効果が得られる。また、上述では基板は円柱基板22としているが、円筒基板24についても同様に、その外側面への成膜が可能である。

【0068】さらに、円筒基板24の内側面に成膜する場合は、図18に示すように、真空槽1内にスパッタ室28およびノズル29を設け、ノズル29を円筒基板24の内側に挿入して円筒基板24を回転させながらシャッター板5を開けた状態でスパッタリングを行えば、成膜物質がノズル29より射出されて円筒基板24の内側面に薄膜を成膜することができる。また、マスク30により円筒基板24の内側面の所望の箇所にのみ薄膜を形成できる。なお、成膜物質のノズル29からの射出速度は、スパッタ室28に設けられた可変バルブ31で排気コンダクタンスを変えることにより調節できる。

【0069】実施例7. 図14に示した成膜装置におけるターゲット4をNd-Fb-B焼結合金として、カソード電極3に取り付けた。次に、外径3mmまたは0.9mm、長さ30mmのWC(タングステンカーボン)製の円柱基板を円柱基板用ホルダ26に装着し、真空槽1内を排気系10により $1 \times 10^{-4}\text{ Pa}$ 以下に排気した後、円柱基板加熱用ヒータ27により基板を 560°C まで加熱した。基板温度が安定した後、Arガスを真空槽1内に導入して圧力を1Pa一定にするとともに、基板ホルダ26を回転機21により回転させた。そして、シャッター板5を閉じた状態でターゲット4に電圧をかけて放電させ、5~15分のスパッタリングを行ってターゲット4表面の酸化物を除去した後、シャッター板5を開いて円柱または円筒基板側面への成膜を開始した。所

定の時間成膜を行った後、各ターゲット4の放電、Arガスの供給およびヒータによる基板加熱を同時に停止して、排気を行いながら真空槽1内で徐冷して円筒形状のNd-Fe-B薄膜を得た。

【0070】表8に得られたNd-Fe-B円筒形強磁性薄膜の緒元を示す。これより、ミクロンオーダーの真

円度および寸法精度が得られることがわかる。なお、磁石の厚みは±0.05μmの寸法精度を持つため、原理的にはサブミクロンオーダーの真円度を得ることが可能である。

【0071】

【表12】

表8

	円筒形磁石の緒元	仕様寸法(μm)	実寸法(μm)
試料1	外径	3010.0	3009.1~3011.2
	真円度(外輪)	0	1.6
	厚さ	10.0	9.95~10.05
試料2	外径	910.0	909.0~9011.3
	真円度(外輪)	0	1.7
	厚さ	10.0	9.95~10.05

【0072】また、上記のNd-Fe-B円筒形強磁性薄膜のラジアル異方性はX線回析により調べた。X線回析測定は、円筒形強磁性薄膜の長手方向の中心位置において円周に沿って等間隔に10箇所マーキングし、そこにビーム径10μmのX線を照射してそれぞれの箇所のX線回析パターンを得た。図19に得られたX線回析パターンの代表例を示す。膜厚方向にNd₂Fe₁₄B結晶のC軸が配向し、垂直磁化膜となっていることがわかる。他の測定箇所においても同様のパターンが得られ、得られた薄膜はラジアル異方性円筒形薄膜となっていることがわかった。すなわち、この実施例では、ミリサイズまたはサブミリサイズで、ラジアル異方性を有する円筒形薄膜を実現した。

【0073】実施例8。図14に示した成膜装置におけるターゲット4をNd-Fe-B焼結合金、Co-Cr

合金、Baフェライト、または(Nd、Tb)-Fe-Bとし、基板温度560℃、Arガス圧1Paとして実施例7と同様の手順により、外径3mm、長さ30mmの円柱または円筒形の種々の材料基板の側面に約1μmの円筒形強磁性薄膜を形成した。なお、Co-Cr合金の場合のみ、基板温度を300℃とした。表9にこの実施例による円筒形強磁性薄膜のラジアル異方性について調べた結果を示す。なお、表中のラジアル異方性は、実施例7と同様の手法で円筒形薄膜に10箇所マーキングし、それぞれの箇所についてX線回析測定を行って薄膜の主相である強磁性化合物の全ピーク強度ΣIとそのC面のピークI_(00m)(mは1~10の整数)の比I_(00m)/ΣIを求め、それらを平均したものである。

【0074】

【表13】

表9

	薄膜材料	円柱または円筒基板	ラジアル異方性
試料1	Nd-Fe-B	石英ガラス	0.93
試料2	Nd-Fe-B	石英ガラス*	0.93
試料3	Nd-Fe-B	Al ₂ O ₃	0.92
試料4	Nd-Fe-B	Fe	0.89
試料5	Nd-Fe-B	Fe-Ni	0.88
試料6	Nd-Fe-B	Fe-Co	0.91
試料7	Nd-Fe-B	TiN	0.90
試料8	Co-Cr	石英ガラス	0.93
試料9	Baフェライト	石英ガラス	0.89
試料10	(Nd, Tb)-Fe-B	石英ガラス	0.93
試料11	(Nd, Tb)-Fe-B	Fe-Ni	0.90
試料12	(Nd, Tb)-Fe-B	TiN	0.92

*印は円筒基板、それ以外は円柱基板

【0075】Nd-Fe-B薄膜においては、いずれの円柱基板においても0.88以上の高い値が得られ、ガラス、金属、合金、酸化物、窒化物等幅広い材料が使用できることがわかる。また、Co-Cr、Baフェライ

ド薄膜の場合も同様に高いラジアル異方性を実現していることから、薄膜材料としては、Nd-Fe-B等の希土類-遷移金属系磁石合金のみならず、Co-Cr、Baフェライトに代表される垂直磁気記録材料、さらに

は、光磁気記録材料も使用できることは明らかである。そして、材料として本発明の(Nd、R)-M-B合金を用いた場合には、表9と上述の表5、表6の結果より明らかなように、高いラジアル異方性および高い最大エネルギー積を有する円筒形薄膜磁石が実現できる。

【0076】実施例9. 図14に示した成膜装置におけるターゲット4をSiO₂とし、基板温度100℃、Arガス2Paとして実施例7と同様の手法でCu円柱基板側面に約0.5μm厚のSiO₂バッファ層を形成した。その後、ターゲットをNd-Fe-B焼結合金に取り替え、基板温度560℃、Arガス4PaとしてSi

表10

	基板材料	バッファ層	密着性 (テープ引き剥がし試験)
本実施例	Cu	SiO ₂	全く剥がれない
比較例	Cu	無し	ほとんど剥がれる

【0078】比較例では密着性が低いため円筒形薄膜がほとんど剥がれてしまうが、この実施例では基板からの円筒形薄膜の剥離は認められず、バッファ層を形成した効果により薄膜の密着性が向上する。

【0079】実施例10. 図14に示した成膜装置におけるターゲット4をTiまたはZr金属とし、基板温度200℃、Arガス2Paとして実施例7と同様の手法で石英ガラスまたはFe円柱基板上に約0.5μm厚の

表11

	基板材料	バッファ層	ラジアル異方性
試料1	石英ガラス	Ti	0.99
試料2	石英ガラス	Zr	0.98
試料3	Fe	Ti	0.99
比較例1	石英ガラス	無し	0.93
比較例2	Fe	無し	0.92

【0081】円柱基板上にバッファ層を形成した効果によりラジアル異方性が向上する。

【0082】

【発明の効果】以上説明したとおり、この発明の請求項第1項は、物理蒸着法により作製され、Nd₂Fe₁₄B型の強磁性化合物を主相とする(Nd_{1-x}R_x)_yM_{1-y-z}B_z合金(RはTb、Ho、Dyより選ばれる少なくとも1種以上、MはFe金属、または、Co、Niより選ばれる少なくとも1種以上を含むFe基合金)からなる薄膜磁石であって、その組成は0.04≤x≤0.10、0.11≤y≤0.15および0.08≤z≤0.15であるので、ボンド磁石あるいは従来の薄膜磁石に比べて高いエネルギー積が得られ、デバイスの小型化、高出力化を図ることができるという効果を奏する。

【0083】この発明の請求項第2項は、真空槽中に配置された基板に成膜することによりNd₂Fe₁₄B型の強磁性化合物を主相とする(Nd_{1-x}R_x)_yM_{1-y-z}B_z

O₂バッファ層上に約2μmのNd-Fe-B円筒形薄膜を形成した。表10に基板とNd-Fe-B円筒形薄膜との密着性を調べた結果を示す。また、比較例としてバッファ層を形成せずにCu円柱基板上に直接Nd-Fe-B薄膜を形成した場合についても合わせて示す。なお、密着性はテープ引き剥がし試験、すなわち、Nd-Fe-B円筒形薄膜にテープを張り付けたのち一定の速度と角度で引き剥がして円筒形薄膜が基板から剥離するか否かにより評価した。

【0077】

【表14】

TiまたはZrバッファ層を形成した。その後、ターゲットをCo-Cr合金に取り替え、基板温度300℃、Arガス5Paとしてバッファ層上に約1μmのCo-Cr円筒形薄膜を形成した。表11にこの実施例とバッファ層を形成せずに円柱基板上に直接Co-Cr薄膜を形成した例を示す。

【0080】

【表15】

合金(RはTb、Ho、Dyより選ばれる少なくとも1種以上、MはFe金属、または、Co、Niより選ばれる少なくとも1種以上を含むFe基合金)からなり、その組成は0.04≤x≤0.10、0.11≤y≤0.15および0.08≤z≤0.15である薄膜磁石を製造する方法であって、上記基板を所定温度に加熱し、所定のガス圧力、所定の成膜速度で上記基板に成膜するので、ボンド磁石あるいは従来に比べて高いエネルギー積を有する薄膜磁石が製造でき、デバイスの小型化、高出力化を図ることができるという効果を奏する。

【0084】この発明の請求項第3項は、基板の温度を530～570℃とするので、さらに高い保磁力を実現でき、140kJ/m³以上の最大エネルギー積が得られるという効果を奏する。

【0085】この発明の請求項第4項は、成膜速度を0.1～4μm/時間とするので、さらに高い残留磁化を実現でき、140kJ/m³以上の最大エネルギー積

が得られるという効果を奏する。

【0086】この発明の請求項第5項は、ガス圧力を0.05~4 Paとするので、さらに高い残留磁化を実現でき、 140 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積が得られるという効果を奏する。

【0087】この発明の請求項第6項は、基板温度530~570℃かつ成膜速度0.1~4 $\mu\text{m/時間}$ かつガス圧力0.05~4 Paで成膜するので、高い残留磁化および保磁力を実現できるため、 160 kJ/m^3 以上の最大エネルギー積が得られるという効果を奏する。

【0088】この発明の請求項第7項は、円柱または円筒形状の基板と、この基板の側面に成膜された垂直磁化膜とを備え、ラジアル異方性を有するので、ミクロンオーダーの真円度およびラジアル方向の寸法精度が確保されたラジアル異方性を有する円筒形強磁性体を非加工で得ることができるという効果を奏する。また、ミリサイズまたはそれ以下のサイズでも高いラジアル異方性を有する円筒形強磁性体を精度よく作製できるので、モータ、回転センサ等のデバイスの超小型化、高性能化に貢献できるという効果も奏する。

【0089】この発明の請求項第8項は、垂直磁化膜が $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型の強磁性化合物を主相とする($\text{Nd}_{1-x}\text{R}_x$) $_y\text{M}_{1-y-z}\text{B}_z$ 合金(RはTb、Ho、Dyより選ばれる少なくとも1種以上、MはFe金属、または、Co、Niより選ばれる少なくとも1種以上を含むFe基合金)からなり、その組成は $0.04 \leq x \leq 0.10$ 、 $0.11 \leq y \leq 0.15$ および $0.08 \leq z \leq 0.15$ であるので、高いラジアル異方性を実現できると共に高い最大エネルギー積を達成できるという効果を奏する。

【0090】この発明の請求項第9項は、基板と垂直磁化膜との間にバフア層が設けられているので、基板と強磁性薄膜との密着性を向上させることができるという効果を奏する。また、バフア層により垂直磁化膜の結晶配向性を向上させ、高いラジアル異方性を実現できるという効果も奏する。

【図面の簡単な説明】

【図1】 この発明の一実施例による薄膜磁石を形成するための成膜装置を示す概略断面図である。

【図2】 この発明による薄膜磁石を形成するための他の成膜装置を示す概略断面図である。

【図3】 この発明による薄膜磁石を形成するためのさらに他の成膜装置を示す概略断面図である。

【図4】 この発明による薄膜磁石を形成するためのさらに他の成膜装置を示す水平概略断面図である。

【図5】 図4のA-A'線に沿った断面図である。

【図6】 この発明による薄膜磁石のX線回折パターンを示す線図である。

【図7】 この発明の実施例3における薄膜磁石についての磁気特性の基板温度依存性を示す線図である。

【図8】 この発明の実施例4における薄膜磁石についての磁気特性の成膜速度依存性を示す線図である。

【図9】 この発明の実施例5における薄膜磁石についての磁気特性のArガス圧依存性を示す線図である。

【図10】 この発明の一実施例による円筒形強磁性薄膜を示す概略断面図である。

【図11】 この発明の他の実施例による円筒形強磁性薄膜を示す概略断面図である。

【図12】 この発明のさらに他の実施例による円筒形強磁性薄膜を示す概略断面図である。

【図13】 この発明のさらに他の実施例によるバフア層を有する円筒形強磁性薄膜を示す概略断面図である。

【図14】 この発明による円筒形強磁性薄膜を形成するための成膜装置を示す概略断面図である。

【図15】 図14のB-B'線に沿った断面図である。

【図16】 この発明のさらに他の実施例による円筒形強磁性薄膜を形成するための成膜装置を示す概略断面図である。

【図17】 この発明のさらに他の実施例による円筒形強磁性薄膜を形成するための成膜装置を示す概略断面図である。

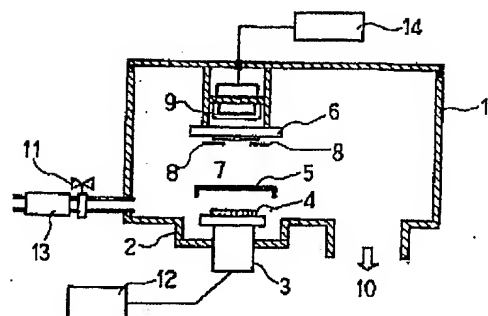
【図18】 この発明のさらに他の実施例による円筒形強磁性薄膜を形成するための成膜装置を示す概略断面図である。

【図19】 この発明の実施例7による円筒形強磁性薄膜のX線回折パターンを示す線図である。

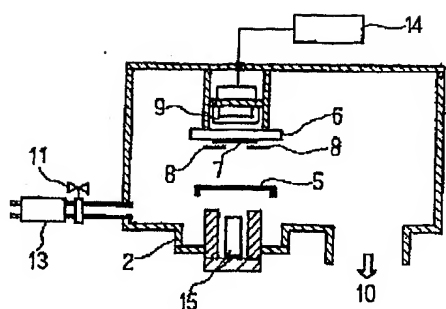
【符号の説明】

1 真空槽、2 ポート、3、3a、3b、3c カソード電極、4、4a、4b、4c ターゲット、5、5a、5b、5c シャッター板、6 基板ホルダ、7 基板、8 マスク、9 ヒータ、10 排気系、11 バルブ、12、12a、12b、12c 電力コントローラ、13 マスフローコントローラ、14 温度コントローラ、15 蒸発源、16 レーザ光源、17 スリット、18 レンズ、19 ターゲット回転機構、20 回転式基板ホルダ、21 回転機、22 円柱基板、23 垂直磁化膜、24 円筒基板、25 バフア層。

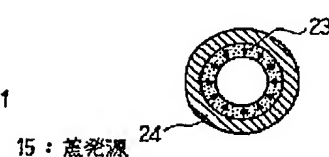
【図1】



【図2】

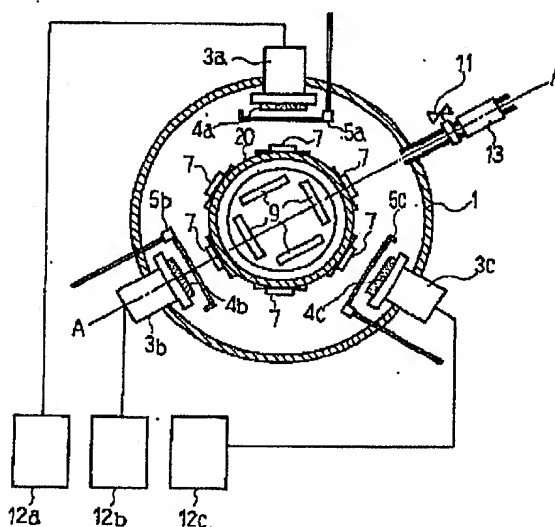


【図12】

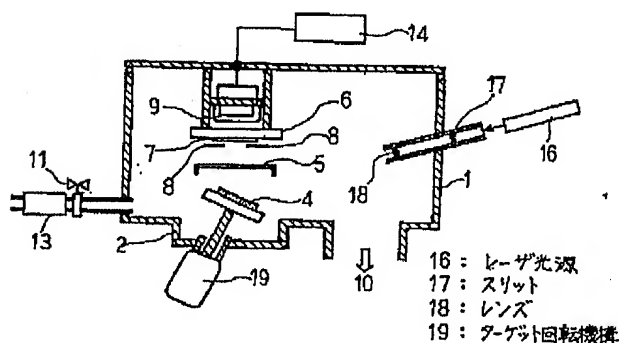


- | | |
|-----------|-----------------|
| 1: 真空槽 | 8: マスク |
| 2: ポート | 9: ヒータ |
| 3: カソード電極 | 10: 排気系 |
| 4: ターゲット | 11: バルブ |
| 5: シャッター板 | 12: 電力コントローラ |
| 6: 基板ホルダ | 13: マスフローコントローラ |
| 7: 基板 | 14: 温度コントローラ |

【図4】

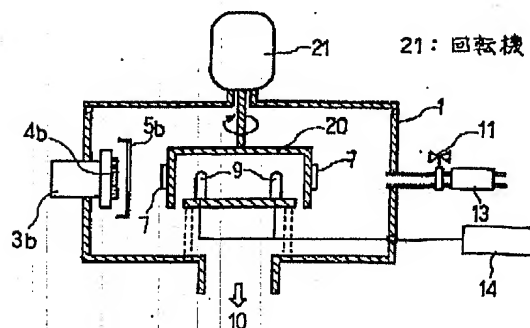


【図3】

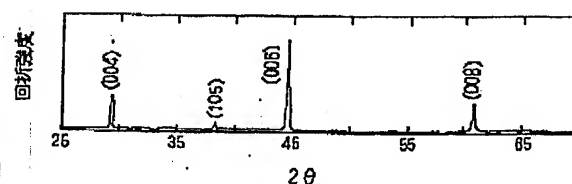


- | |
|-------------------------|
| 3a, 3b, 3c: カソード電極 |
| 4a, 4b, 4c: ターゲット |
| 5a, 5b, 5c: シャッター板 |
| 12a, 12b, 12c: 電力コントローラ |
| 20: 回転式基板ホルダ |

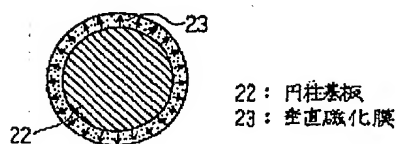
【図5】



【図6】

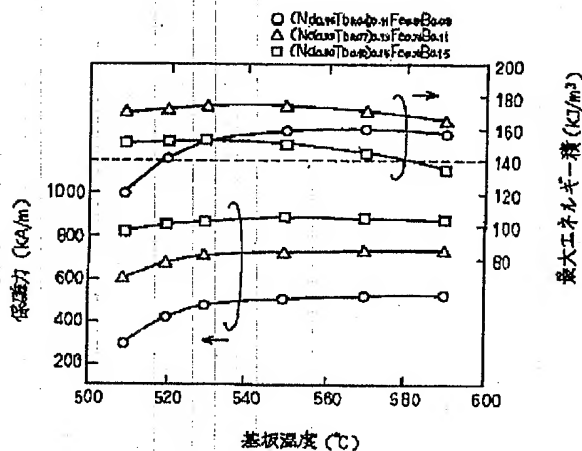


【図10】

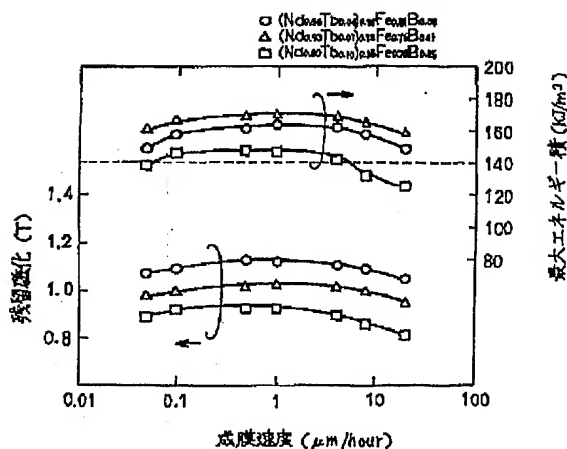


- | |
|----------|
| 22: 円柱基板 |
| 23: 垂直膜 |

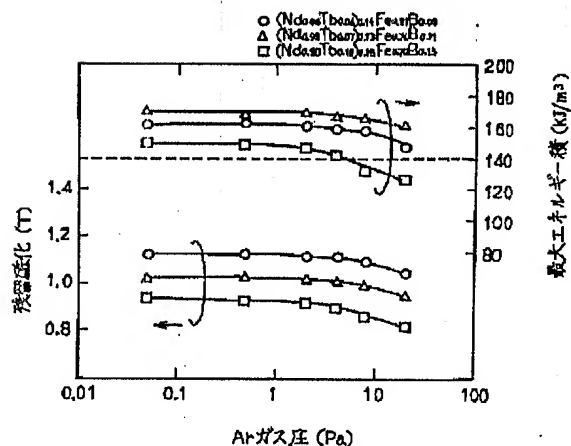
【図 7】



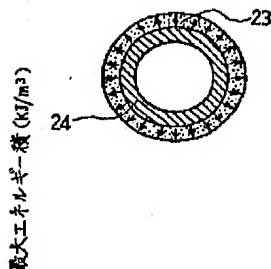
【図 8】



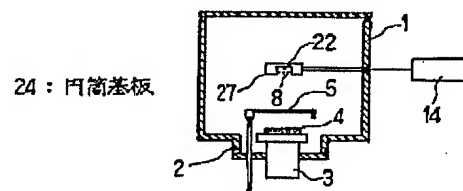
【図 9】



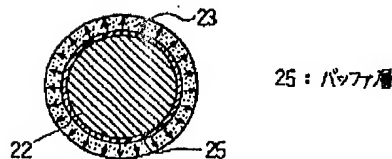
【図 11】



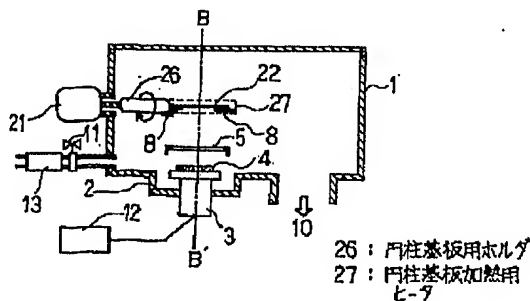
【図 15】



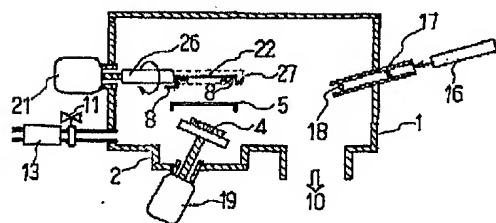
【図 13】



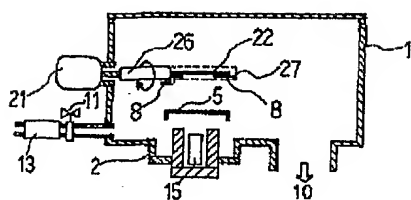
【図 14】



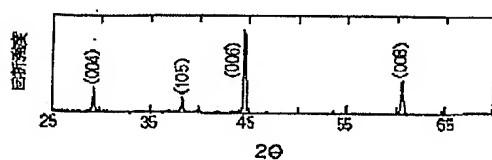
【図 17】



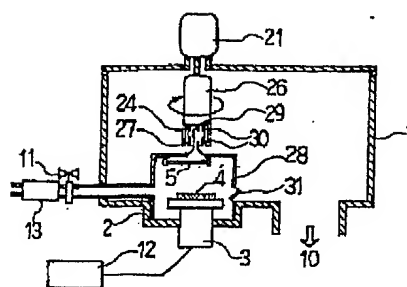
【図16】



【図19】



【図18】



28 : スパッタ室
29 : ノズル
30 : マスク
31 : 可変バルブ

フロントページの続き

(72)発明者 岡部 正志

尼崎市塚口本町八丁目1番1号 三菱電機
株式会社材料デバイス研究所内